

E6

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **08183906 A**(43) Date of publication of application: **16.07.86**

(51) Int. Cl.

**C08L 83/04**  
**C01B 21/064**  
**C09D183/04**  
**C10M103/00**

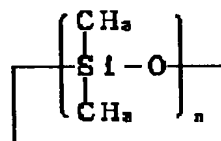
(21) Application number: **06328672**(22) Date of filing: **28.12.94**(71) Applicant: **SHIN ETSU CHEM CO LTD**

(72) Inventor: **WASHIO YUICHI**  
**KUBOTA YOSHIHIRO**

**(54) SUSPENSION OF BORON NITRIDE****(57) Abstract**

**PURPOSE:** To obtain the suspension useful as a lubricant for a sliding part and a frictional part, having flame retardancy and chemical stability free from harm to an environment and human body by blending a dimethylsiloxane cyclic material with boron nitride powder while stirring.

**CONSTITUTION:** This suspension is obtained by blending (A) 100 pts.wt. of a liquid dimethylsiloxane with (B) 0.1-50 pts.wt. of boron nitride powder while stirring. The component A contains preferably 70wt.% of a tetramer and a compound of the formula ((n) is 3-25) is preferably used as the component A. (C) A resin-based binder is preferably depolymerizable and especially a polymethyl methacrylate is used as the component C.



COPYRIGHT: (C)1996,JPO

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-183906

(43) 公開日 平成8年(1996)7月16日

(51) Int.Cl. <sup>8</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 8 L 83/04	LRX			
C 0 1 B 21/064		Z		
C 0 9 D 183/04	PMS			
C 1 0 M 103/00		A		

審査請求 未請求 請求項の数5 OL (全 4 頁)

(21) 出願番号 特願平6-328672

(22) 出願日 平成6年(1994)12月28日

(71) 出願人 000002060

信越化学工業株式会社

東京都千代田区大手町二丁目6番1号

(72) 発明者 鷺尾 友一

群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越化

学工業株式会社精密機能材料研究所内

(72) 発明者 久保田 芳宏

群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越化

学工業株式会社精密機能材料研究所内

(74) 代理人 弁理士 山本 亮一 (外1名)

(54) 【発明の名称】 窒化ほう素懸濁液

(57) 【要約】 (修正有)

【目的】 本発明は化学的に安定で長期間の保存も可能であり、難燃性で、かつ環境や人体にも害を及ぼさない窒化ほう素懸濁液の提供を目的とするものである。

【構成】 本発明の窒化ほう素懸濁液は、ジメチルシロキサン環状体 100重量部に窒化ほう素粉末 0.1~50重量部を攪拌、混合してなること、また必要に応じこれに樹脂系バインダーを添加してなることを特徴とするものである。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 液状のジメチルシロキサン環状体 100重量部に窒化ほう素粉末 0.1~50重量部を攪拌、混合してなることを特徴とする窒化ほう素懸濁液。

【請求項2】 ジメチルシロキサン環状体が4量体を70重量%以上含有するものである請求項1に記載した窒化ほう素懸濁液。

【請求項3】 窒化ほう素懸濁液が樹脂系バインダーを含有したものである請求項1に記載した窒化ほう素懸濁液。

【請求項4】 樹脂系バインダーが解重合性のものである請求項3に記載した窒化ほう素懸濁液。

【請求項5】 樹脂系バインダーがポリメチルメタクリレートである請求項3に記載した窒化ほう素懸濁液。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は窒化ほう素懸濁液、特に難燃性で環境汚染や人体に対する害などの問題もない、化学的に安定な窒化ほう素懸濁液に関するものである。

## 【0002】

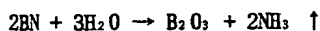
【従来の技術】 六方晶窒化ほう素（以下BNと略記する）は、熱伝導性、電気絶縁性、潤滑性、離型性、化学安定性、高温安定性、熔融ガラス、熔融金属との難濡れ性などが優れているという特性を有していることから、この粉末は熱伝導性および/または電気絶縁性を向上させるための充填剤、摺動部材摩擦部の潤滑剤、熔融ガラス、熔融金属成型型の離型剤、他のセラミックスを焼成する場合の焼付けによる付着防止剤などのような多種多様の用途に広く使用されている。

【0003】 これらの用途のうち、特に潤滑性、離型性、焼付防止などを目的とする場合には、一般にBN粉末を処理対象面にコーティングするのであるが、BN単体では付着力がなく、コーティングが困難であることから、これについてはBN粉末を溶媒に分散させて懸濁液とし、これをスプレー、ハケ塗りなどで処理対象面にコーティングしたのち、乾燥させてBNコーティング被膜を形成させるという方法が採られており、このBN懸濁液を作る溶媒としては水、有機溶媒またはフロン系溶媒が使用されている。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】 しかし、この溶媒として水を使用すると一般にBN粉末は表面が疎水性であるためにこれを水に分散させることが困難であり、したがって界面活性剤を添加してBN粉末を水に分散させることになるが、この場合でも懸濁液中にBNの凝集塊が分解せずにそのまま残ることがあり、そのためにこれをコーティングするとコーティング層が不均質となる場合がある。また、BN粉末には加水分解性があるため、水を使用した懸濁液はこれを長時間放置しておくと、つぎの

## 反応式



で加水分解が生じ、生成した $\text{B}_2\text{O}_3$ によって懸濁液中のBNの純度が低下するうえに、発生したアンモニアガスによって作業環境が悪化するという不利が発生する。

【0005】 また、この溶媒として有機溶媒を使用するときには、BNが有機溶媒には非常によく分散するし、これは化学的にも不活性であるため水を使用したときのような問題は発生しないけれども、有機溶媒はすべて引火性であるため作業場所周辺の設備をすべて防爆仕様とすることがあり、したがって全体的にコスト上に不利が生ずるし、フロン系溶媒にはBNの分散性がよく、化学的にも不活性で引火の危険もないけれども、環境破壊の面で世界的に問題となっていることから近い将来、使用が不可能になるおそれがある。

## 【0006】

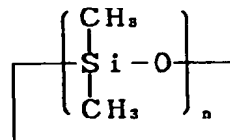
【課題を解決するための手段】 本発明はこのような不利、問題点を解決したBN懸濁液に関するものであり、これはジメチルポリシロキサン環状体 100重量部にBN粉末 0.1~50重量部を攪拌、混合してなることを特徴とするものである。

【0007】 すなわち、本発明者らは従来公知のBN懸濁液についての不利を解決したBN懸濁液を開発すべく種々検討した結果、BN粉末に対する分散媒として液状のジメチルシロキサン環状体を使用し、このジメチルシロキサン環状体とBN粉末を攪拌機中で混合したところ、容易にBN懸濁液が得られることを見出し、このようにして得られたBN懸濁液は化学的に安定で難燃性であり、環境や人体に対しても無害であることを確認して本発明を完成させた。以下にこれをさらに詳述する。

## 【0008】

【作用】 本発明はBN懸濁液に関するものであり、これは前記したように液状のジメチルシロキサン環状体にBN粉末を攪拌混合してなるものである。ここに使用されるジメチルシロキサン環状体は一般的にはジメチルシクロシラン $[(\text{CH}_3)_2\text{SiCl}_2]$ の加水分解→脱水縮合により得られるもので、一般式

## 【化1】



で示される $n$ が3~25のものであるが、この $n$ の値およびその存在比率は合成条件により変化するものである。

【0009】 しかし、このものはBN粉末に対する分散媒とされるものであるし、 $n=3$ である3量体は固体であることから、これは $n$ 値が4~25である液状のものとすることが必要であるが、 $n$ 値が5~25のものは沸点が高く、この懸濁液をコーティングしたのちに乾燥させる

ことが困難であることから、これは $n=4$ で沸点が176℃である4量体とすることが最も好ましく、したがってこのジメチルシロキサン環状体は4量体を70重量%以上好ましくは90重量%以上含有するものとするのがよい。

【0010】他方、ここに使用するBN粉末は純度が95重量%未満では含有する不純物の影響で被膜の特性が低下する場合があるので、純度が95重量%以上、特に98重量%以上のものとするのが好ましい。また、この平均粒子径は0.1 $\mu$ m未満では懸濁液としたときに凝集粒が多くなって懸濁液中に均一分散させることが困難となる場合があり、30 $\mu$ mを超えるとコーティング被覆の表面が平坦に仕上がらない場合があるので、これは0.1~30 $\mu$ mの範囲、特に0.5~10 $\mu$ mの範囲のものとするのがよい。

【0011】なお、このBN粉末の配合量は、ジメチルシロキサン環状体100重量部に対してBN粉末が0.1重量部未満ではこの懸濁液を被処理体にコーティングしたときにBN粉末を均一に被覆させることができず、これを50重量部を超える量とすると懸濁液の粘度が上昇してコーティングが困難となるので、0.1~50重量部の範囲とすることが必要とされるが、この好ましい範囲は5~20重量部とされる。

【0012】本発明のBN懸濁液は上記した液状のジメチルシロキサン環状体とBN粉末を攪拌、混合することによって得ることができるが、これだけでは被処理物に対する付着力が不足する場合があるので、これには必要に応じてバインダー樹脂を配合してもよい。このバインダー樹脂の種類は特に限定されず、これには汎用的な塩化ビニル樹脂、酢酸ビニル樹脂、アクリル樹脂、ポリオレフィン樹脂などを使用することができるが、焼付防止などのように高温に晒される用途において塩化ビニル樹脂、酢酸ビニル樹脂などを使用すると、これらが高温で炭化して炭素成分が残留するため、この種の高温の用途に対してはアクリル樹脂、ポリオレフィン樹脂などの解重合性樹脂を使用することが好ましく、特に室温における付着力が優れているポリメチルメタクリレート樹脂とすることがよい。

【0013】なお、これらの樹脂はジメチルシロキサン環状体には不溶であるため、これらはトルエン、アセトン、テトラヒドロフランなどの樹脂を溶解する有機溶媒に溶解して混合することがよいが、この場合も有機溶媒の量が多くなると本発明の主要な目的の一つである難燃性付与ができなくなる場合があるので、これについては有機溶媒中の樹脂濃度をできる限り高くして有機溶媒の量をできるだけ少なくすることがよい。

【0014】本発明のBN懸濁液の製造は上記したように液状のジメチルシロキサン環状体とBN粉末とを攪拌、混合することによって行なわれるが、この攪拌、混合は公知のヘンシェルミキサー、ブラネタリーミキサ

一、ゲートミキサー、品川ミキサー、ボールミル、振動ミルなどの汎用的な機械を使用して均一に混合すればよく、これによれば難燃性で化学的に安定であり、かつ環境や人体に害を及ぼさないBN懸濁液を容易に得ることができるという有利性が与えられる。

【0015】

【実施例】つぎに本発明の実施例、比較例をあげる。

#### 実施例1

ジメチルシロキサン環状体の四量体を90%含有するジメチルシロキサン環状体100重量部と平均粒子径が1 $\mu$ mであるBN粉末・KBN(h)-SP〔信越化学工業(株)製商品名〕10重量部とをブラネタリーミキサーで1時間混合してBN懸濁液を製作した。

【0016】ついで、この懸濁液を室温で20日間放置したが、このものは難燃性であり、安定で20日間放置後も何の変化もなかったため、これを300mm×300mm×厚さ2mmのステンレス板上に厚さ100 $\mu$ mで塗布し、200℃の真空中で2時間乾燥したところ、ジメチルシロキサン環状体が揮散してステンレス板上にBNが均質に付着したものが得られ、このものは潤滑性、離型性の優れたものになった。なお、このBNの付着は均質であったが指でさわって付着の様子をしらべたところ付着力が若干弱いというものであったけれども、作業場に設置した可燃性ガス警報計・FA-450〔光明理化学工業(株)製商品名〕は作業中鳴らなかつたし、BNの加水分解によるアンモニア臭も発生しなかつた。

#### 【0017】実施例2

実施例1におけるBN懸濁液の製造時に、ジメチルシロキサン環状体とBN粉末にさらにポリメチルメタクリレート1重量部を4重量部のトルエンに溶解したものを添加したほかは実施例1と同様に処理したところ、ステンレス板にBNが均質に付着したものが得られたが、このものは手でさわって付着の様子をしらべたところBNが強い付着力で付着しており、この場合も可燃ガス警報計は鳴らず、アンモニア臭の発生もなかった。

#### 【0018】比較例1

実施例1におけるジメチルシロキサン環状体をアセトンに変えたほかは実施例1と同じ方法でBN懸濁液を製作し、これを実施例1と同じステンレス板にハケ塗りで塗布したところ、ステンレス板にBNが均質に付着したものが得られたけれども、このBNの付着力は弱く、この場合には作業中に可燃性ガス警報計が鳴ったので、作業を中断するという不利があった。

#### 【0019】比較例2

実施例1におけるジメチルシロキサン環状体を界面活性剤含有水に変えたほかは実施例1と同じ方法でBN懸濁液を製作し、これを実施例1と同じステンレス板にハケ塗りで塗布したところ、ステンレス板にBNの付着したものが得られたけれども、このBNの付着は不均一で付着力も弱いものであり、この物性も潤滑性、離型性が小

(4)

特開平8-183906

5

さいというものであったし、これには作業中に可燃性ガス警報計が鳴ることはなかったけれども、作業室にBNの加水分解によるアンモニア臭が発生した。

【0020】

【発明の効果】本発明はBN懸濁液に関するものであるが、このものはジメチルシロキサン環状体とBN粉末と

6

を攪拌、混合したものであることから、これを難燃性で化学的に安定したものとして得ることができるし、これを被処理品の表面に塗布し、乾燥すると、この上にBNコーティング被覆を容易に形成することができ、これには環境汚染や人体に対する害が全く発生されないという有利性が与えられる。